

Larutan parakuat diklorida teknis

PENDAHULUAN

Penyusunan Standar Industri Indonesia Larutan Parakuat Diklorida Teknis merupakan salah satu program Tim Teknis Standardisasi Industri Agrokimia untuk tahun anggaran 1988/1989, dan disusun dengan acuan dari literatur (FAO, Specification for plant Protection Paraquat Dichloride, CIPAC, Analytical Methode for Pesticides plant Growth Regulator), data perusahaan dan hasil analisis yang dilakukan oleh Tim.

Larutan Parakuat Diklorida Teknis adalah salah satu bahan aktif yang merupakan hasil olahan (premix) yang digunakan dalam pembuatan formulasi herbisida. Herbisida parakuat diklorida digunakan untuk mengendalikan tanaman pengganggu pada pertanaman kapas, karet, kelapa sawit, rosela, teh dan padi pasang surut serta gulma berdaun lebar seperti eceng gondok.

LARUTAN PARAKUAT DIKLORIDA TEKNIS

1. RUANG LINGKUP

Standar ini meliputi definisi, syarat mutu, cara pengambilan contoh, cara uji, cara pengemasan dan syarat penandaan larutan parakuat diklorida teknis.

2. DEFINISI

- 2.1. Parakuat diklorida adalah senyawa dengan rumus kimia (1,1 dimetil 4,4 - bipyridinium klorida) dan rumus empiris $C_{12}H_{14}N_2Cl_2$.
- 2.2. Larutan parakuat diklorida teknis adalah parakuat diklorida dalam pelarut air yang berwarna coklat atau coklat kemerahan dipergunakan sebagai bahan aktif herbisida.

3. SYARAT MUTU

Syarat mutu larutan parakuat diklorida teknis ditetapkan seperti tabel di bawah ini.

Tabel
Syarat Mutu

No.	Uraian	Persyaratan
1.	Kadar parakuat, % b/b	Toleransi $\pm 5\%$ dari nilai yang tercantum pada label dengan standar deviasi maks. $2\frac{1}{2}\%$ b/b.
2.	pH	≤ 7
3.	4,4 bipyridil, % b/b	Maks. 0,25 % dari kadar parakuat.
4.	Terpiridil, % b/b	N o l

4. CARA PENGAMBILAN CONTOH

Cara pengambilan contoh sesuai dengan SII. 0427 - 81, *Petunjuk Cara Pengambilan Contoh Cairan dan Semi Padat dengan memperhatikan persyaratan keamanan.*

5. CARA UJI

5.1. Kadar Parakuat

5.1.1. Prinsip

Membandingkan absorbansi larutan parakuat contoh terhadap larutan parakuat baku yang telah diketahui konsentrasinya pada panjang gelombang 600 nm.

5.1.2. Pereaksi

- a. Parakuat diklorida baku
- b. Natrium hidrosulfit ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$)
- c. Larutan NaOH 0,1 N.

5.1.3. Peralatan

- a. Neraca analitik
- b. Spektrofotometer
- c. Labu ukur
- d. Botol timbang
- e. Lemari pengering.

5.1.4. Cara kerja

a. Persiapan larutan parakuat baku (0,25 mg/ml parakuat ion) :

- Keringkan 1 gram parakuat diklorida dalam lemari pengering pada suhu 100 - 120 °C, timbang sampai berat tetap.
- Timbang teliti 0,1728 gram parakuat diklorida yang telah dikeringkan.
- Masukkan ke dalam labu ukur 500 ml larutkan dengan air dan tepatkan hingga tanda tera.

b. Persiapan larutan natrium hidrosulfit 1 %

- Timbang teliti 1 gram natrium hidrosulfit
 - Masukkan dalam labu ukur 100 ml dan tambahkan larutan NaOH sampai tanda tera.
- Larutan ini harus baru, hanya dapat dipergunakan dalam waktu 3 jam. Larutan disimpan dalam botol yang tertutup rapat.

c. Persiapan larutan parakuat contoh

- Timbang teliti sejumlah parakuat contoh (w,g) yang disesuaikan kadar bahan aktifnya dengan parakuat baku.
- Masukkan ke dalam labu ukur 250 ml larutkan dengan air dan tepatkan hingga tanda tera (larutan A).
- Pipet 10 ml larutan A masukkan ke dalam labu ukur 250 ml encerkan dengan air dan tepatkan hingga tanda tera (larutan B).
- Pipet 10 ml larutan B, masukkan ke dalam labu ukur 100 ml tambahkan 10 ml larutan natrium hidrosulfit, tepatkan dengan air hingga tanda tera (larutan C).
- Bolak-balikkan secara perlahan 3 x tanpa pengocokan.

d. Larutan parakuat baku untuk kurva kalibrasi

- Pipet ke dalam 4 labu ukur 100 ml masing-masing 10, 11, 12, 13 ml larutan parakuat baku.
- Tambahkan masing-masing 10 ml larutan natrium hidrosulfit, dan tepatkan hingga tanda tera dengan air.
- Semua labu ukur bolak-balikkan secara perlahan 3 x tanpa pengocokan.

e. Persiapan larutan blangko

Masukkan ke dalam labu ukur 100 ml, 10 ml larutan natrium hidrosulfit, tepatkan dengan air hingga tanda tera. Bolak-balikkan secara perlahan 3 x tanpa pengocokan.

f. Analisis contoh

- Segera masukkan larutan contoh, larutan baku, dan larutan blangko ke dalam kuvet. Untuk larutan blangko, gunakan "filter blue".
- Ukur absorbans dari larutan blangko, baku dan contoh pada panjang gelombang 600 nm.
- Buat kurva kalibrasi absorbans vs konsentrasi larutan.
- Parakuat dalam larutan contoh diperoleh dari kurva kalibrasi (a,mg).

5.1.5. Perhitungan :

$$\text{Kadar parakuat, \% b/b} = \frac{\frac{250}{10} \times \frac{250}{10} \times a}{W \times 1000} \times 100$$

Dimana :

a = parakuat dalam larutan contoh yang diperoleh dari kurva kalibrasi, mg.

w = berat, g.

5.2. pH

5.2.1. Prinsip

pH ditetapkan dengan pH meter.

5.2.2. Peralatan

- a. pH meter
- b. Gelas piala.

5.2.3. Cara kerja

- Tuangkan secukupnya larutan parakuat diklorida contoh ke dalam gelas piala.
- Ukur pH larutan dengan pH meter.

5.3. 4,4 Bipiridil

5.3.1. Prinsip :

4,4 bipiridil diekstrak dengan kloroform, kemudian ditetapkan kadarnya dengan gas chromatograph.

5.3.2. Pereaksi

a. Metanol

b. Larutan 5,6 Benzokuinolin (5,6 Benzokuinolin 0,600 g dilarutkan dengan metanol menjadi 50 ml).

c. Larutan 4,4 bipiridil baku (4,4 bipiridil baku 0,600 g dilarutkan dengan metanol menjadi 50 ml).

d. HCl 1N

e. NaOH 1 N.

5.3.3. Peralatan

a. Gas chromatograph dengan detektor FID dan kolom yang berisi :

- 3 % Xe - 60 on 60 - 80 (AW - DMCS) chromosorb W atau
- 5 % NDBS on 72 - 85 mesh (AW celite).

b. Ekstraktor.

5.3.4. Kondisi gas chromatograph

S u h u	:	oven 170 - 180 °C
		injektor/detektor 200 °C
Kecepatan aliran	:	N ₂ = 40 ml/menit
		H ₂ = 75 ml/menit
		udara = 600 ml/menit.

5.3.5. Cara kerja

a. Pembuatan grafik kalibrasi

- Masukkan ke dalam 3 labu ukur 25 ml masing-masing, 0,5 ; 1,0 dan 2,0 ml (dari buret) larutan 4,4 bipiridil baku yang ekuivalen dengan 6 mg, 12 mg dan 24 mg 4,4 bipiridil.
- Tambahkan ke dalam setiap labu ukur 5 ml larutan 5,6 benzokui - nolin dan tepatkan hingga tanda tera dengan metanol.
- Injeksikan setiap larutan pada G C dan ukur tinggi puncak bipiridil dan internal standard.
Ratio tinggi puncak untuk kadar 4,4 bipiridil (mg) dalam setiap larutan :

$$\frac{\text{tinggi puncak 4,4 bipiridil}}{\text{tinggi puncak internal standard}}$$

- Buat grafik kalibrasi 4,4 bipiridil (mg) VS tinggi puncak ratio.

b. Persiapan contoh

- Masukkan 20 ml CHCl_3 ke dalam ekstraktor.
- Timbang teliti 50 g (w, g) larutan contoh dan atur pH larutan menjadi 7,5 dengan HCl 1N atau NaOH 1N.
- Kemudian tuangkan ke dalam ekstraktor yang telah berisi CHCl_3 tersebut.
- Reflux dan ekstrak selama 1 jam, tampung larutan destilat sebanyak 50 ml.
- Tuangkan ke dalam rotary evaporator untuk menguapkan CHCl_3 sampai residu tinggal beberapa ml.
- Tuangkan residu ke dalam labu ukur 25 ml dan bilas dengan sedikit metanol.
- Tambahkan 5 ml larutan 5,6 benzokuinolin dan encerkan dengan metanol sampai tanda tera.
- Injeksikan larutan contoh tersebut pada G C dan ukur ratio tinggi puncak seperti di atas.
- Dari grafik kalibrasi dapat dibaca jumlah 4,4 bipiridil (a, mg).

5.3.6. Perhitungan :

$$\text{Kadar 4,4 bipiridil, \% b/b} = \frac{a}{w \times 1000} \times 100$$

Dimana :

a = jumlah bipiridil dari grafik kalibrasi, mg

b = berat contoh, g.

5.4. Terpiridil

5.4.1. Prinsip

Terpiridil diekstrak dengan butil acetat dan ditetapkan kadarnya dengan gas chromatograph.

5.4.2. Pereaksi

- a. Terpiridil baku
- b. E D T A
- c. NaOH 2M
- d. n Butil asetat.

5.4.3. Peralatan

- a. Neraca analitik
- b. Gelas ukur
- c. Erlenmeyer tutup asah 50 ml
- d. Corong pemisah
- e. Rotary evaporator

f. Gas chromatograph dengan detektor FID dan kolom yang berisi 10 % SE 30.

5.4.4. Kondisi gas chromatograph

Suhu kolom	:	210 °C	
Suhu detektor	:	260 °C	
Suhu injektor	:	300 °C	
Kecepatan aliran	:	N ₂	= 50 ml/menit
		H ₂	= 50 ml/menit
		Udara	= 500 ml/menit.

5.4.5. Cara kerja

- Timbang teliti 2,5 mg (w_1 , g) terpiridil baku, larutkan dengan butil asetat hingga 1 liter.
- Timbang teliti sejumlah contoh (w_2 , g) tambahkan 10 ml air dan 300 mg EDTA.
- Tambahkan NaOH 2M beberapa tetes hingga pH 8.
- Ekstrak larutan tersebut dengan 10 ml n butil asetat, 4 kali.
- Uapkan hasil ekstraksi sampai hampir kering dengan rotary evaporator.
- Encerkan sisa penguapan dengan butil asetat 10 ml untuk kadar terpiridil yang diduga lebih dari 1 ppm dan encerkan sisa penguapan dengan 1 ml butil asetat untuk kadar terpiridil yang diduga kurang dari 1 ppm.
- Injeksikan larutan contoh dan larutan baku pada gas chromatograph.

5.4.6. Perhitungan :

$$\text{Kadar terpiridil, \% b/b} = \frac{A_2 \times W_2}{A_1 \times W_1} \times P$$

Dimana :

- A_1 = area terpiridil baku
- A_2 = area terpiridil dalam contoh
- W_1 = berat terpiridil baku, g
- W_2 = berat contoh, g
- P = kemurnian terpiridil baku, % b/b.

6. CARA PENGEMASAN

Larutan parakuat diklorida teknis dikemas dalam wadah yang tidak bereaksi dengan isi (misalnya drum yang dilapisi dengan PE), kedap udara, aman dalam penyimpanan dan transportasi.

7. SYARAT PENANDAAN

Pada label harus dicantumkan nama produk, kadar parakuat, berat bersih, kode

produksi, tanda bahaya, serta nama, lambang dan alamat produsen/importir /pemegang pendaftaran dan lain-lain menurut peraturan yang berlaku.



BADAN STANDARDISASI NASIONAL - BSN
Gedung Manggala Wanabakti Blok IV Lt. 3-4
Jl. Jend. Gatot Subroto, Senayan Jakarta 10270
Telp: 021- 574 7043; Faks: 021- 5747045; e-mail : bsn@bsn.go.id